ES 7 (2005) (Arabic): COPPER SULPHATE TYPES 1,2,3

BLANK PAGE

المواصفات القياسية المصرية

ES

م ق م : ٧/ ٢٠٠٥

كبريتات النحاس

أصناف : ١ ، ٢ ، ٣

جمهورية مصر العربية

الهيئة المصرية العامة للمواصفات والجودة

تاريخ الاعتماد : ٢٠٠٥/٤/١٧

الهيئة المصرية العامة للمواصفات والجودة

العنوان : ١٦ ش تدريب المتدربين – السواح – الأميرية.

تليفون : ٢٢٨٤٥٥٢٢ – ٢٢٨٤٥٥٢٤

فاكس : ٢٢٨٤٥٥٠٤

بريد الكترونى : moi@idsc.net.eg

موقع الكترونى : www.eos.org.eg

م .ق.م ٢٠٠٥/٧

مقدمة:

المواصفة القياسية المصرية رقم ٧ / ٢٠٠٥الخاصة بكبريتات النــحاس أصناف ١ ، ٢ ، ٣ متماثلة مع الفارماكوبيا البريطانية British Pharmcopea مع تعديل وتلغى وتحل محل أخر إصدار لها عام ١٩٩٠.

قام بإعداد هذه المواصفة لجنة التوافق رقم ٧/٢ الخاصة بالكيماويات المتنوعة .

ويوضح الملحق أ البنود التى تختلف فيها هذه المواصفة عن المرجع

كبريتات النحاس
أصناف (١) ، (٢) ، (٣)

١- المجال

تختص هذه المواصفة القياسية بمادة كبريتات النحاس أصناف (١) ، (٢) ، (٣) والطرق القياسية لفحصها واختبارها وهذه الأصناف هى كما يلى :

صنف (١) : كاشف تحليلى ، وهو الصنف المستخدم فى التحاليل الكيميائية ٠

صنف (٢) : وهو الصنف المستخدم فى الطلاء الكهربى ٠

صنف (٣) : وهو الصنف التجارى المستخدم فى بعض الصناعات مثل التعدين والمطاط والبترول ، كما يستخدم فى تحضير بعض مبيدات الفطريات ، وفى صيانة أكياس الجوت من العفن ٠

٢- تمييز المنتج

الصيغة الكيميائية : نح كب $أ_٤$ ، ٥$يد_٢$ أ ٠

الوزن الجزيئى : ٢٤٩,٦٩ ٠

النسبة المئوية للمكونات :

الملح اللامائى : ٦٣,٩٣

$يد_٢$أ : ٣٦,٠٧

نح : ٢٥,٤٦

كب $أ_٤$: ٣٨,٤٧

٣- كبريتات النحاس صنف(١)

٣/ ١ الخواص الطبيعية :

تكون كبريتات النحاس صنف (١) على هيئة بلورات زرقاء شفافه خالية من الشوائب المرئية ، تنزهر فى الهواء ، تذوب فى حوالى ثلاثة أمثالها بالوزن من الماء ، عديمة الذوبان تقريباً فى الكحول ٠

٣/ ٢ التركيب الكيميائى :

يكون التركيب الكيميائى كما هو مبين فى جدول (١) ٠

الجدول (١)

التركيب الكيميائى لكبريتات النحاس صنف (١)

البيان	النسبة المئوية بالوزن
كبريتات النحاس $CuSO_4 . 5H_2O$	٩٩ – ١٠١
مواد غير قابلة للذوبان	٠,٠١ على الأكثر
حديد Fe	٠,٠٢ على الأكثر
زرنيخ As	٠,٠٠٠٨ على الأكثر
كلوريد Cl	٠,٠٠١ على الأكثر
قلويات ومعادن أخرى	٠,١ على الأكثر
الأس الهيدروجينى للمحلول (٥٪ من الماء الخالى من ثانى أكسيد الكربون) .	٣,٨ على الأقل

٣/ ٣ التعبئة :

تكون التعبئة فى أوعية زجاجية جافة نظيفة محكمة الغلق ، أو فى أوعية أخرى مناسبة لأ تتأثر بالمادة ولاتؤثر فيها ذات سعة كيلو جرام واحد ، ويوضح على العبوة البيانات التالية :

اسم الشركة المنتجة ٠

اسم المادة ٠

الرمز الجزيئى

عبارة " كاشف تحليلى "

التحليل الكيميائى الكامل

وزن العبوة ٠

٣/ ٤ طريقة أخذ العينة:

تقسم الرسالة الواردة من كل مصدر على حدة إلى مجموعات تحوى كل منها عبوات متماثلة يختار ثلاث عبوات على الأقل من كل مجموعة بحيث لايقل وزن كلاً منها عن كجم ٠

٤- كبريتات النحاس صنف (٢)

٤/ ١ الخواص الطبيعية :

كبريتات النحاس صنف (٢) على هيئة بلورات زرقاء شفافه خالية من الشوائب المرئية ، وتكون خالية على الأخص من الكرومات والنترات والمركبات العضوية ٠

٤/ ٢ التركيب الكيميائى :

يكون التركيب الكيميائى كما هو مبين فى جدول رقم (٢) ٠

الجدول (٢)
التركيب الكيميائى لكبريتات النحاس صنف (٢)

البيان	النسبة المئوية بالوزن
نحاس Cu	٢٤,٩ على الأقل
مواد غير قابلة للذوبان	٠,١ على الأكثر
حديد Fe	٠,٠٧٥ على الأكثر
زرنيخ As	٠,٠٠١٥ على الأكثر
كلوريد Cl	٠,٠٢ على الأكثر
نيكل Ni	٠,٣ على الأكثر

٤/ ٣ التعبئة :
تكون التعبئة فى أوعية زجاجية أو معدنية محكمة الغلق تصل سعتها عادة إلى ٥كجم ، أو فى أوعية من الكرتون الليفى أو من أية مادة أخرى مناسبة على أن تكون محكمة الغلق صامدة لنفاذ الماء تصل سعتها عادة إلى ٥٠ كجم ، ويوضح عليها اسم المنتج والوزن الصافى للعبوة وجميع البيانات المميزة للصنف ٠

٤/ ٤ أخذ العينة :
تقسم الرسالة الواردة من كل مصدر على حدة إلى مجموعات تحوى كل منها عبوات مماثلة ، يؤخذ حيثما اتفق ٥٪ من كل مجموعة يختار منها ثلاث عينات مماثلة بحيث لايقل وزن كل منها عن نصف كجم وتختم وترسل أحدها للمعمل الكيميائى المختص للأختبار وتسلم الثانية للبائع (إذا رغب فى ذلك) ويحتفظ بالثالثة للتحكيم ٠

٥- كبريتات النحاس صنف (٣)

٥/ ١ الخواص الطبيعية :
تكون كبريتات النحاس صنف (٣) على هيئة بلورات زرقاء أو زرقاء مخضرة غير متكتلة وخالية من الشوائب المرئية ٠

٥/ ٢ التركيب الكيميائى :
يكون التركيب الكيميائى كما هومبين فى جدول (٣) ٠

الجدول (٣)
التركيب الكيميائى لكبريتات النحاس صنف (٤)

البيان	النسبة المئوية بالوزن
كبريتات نحاس (نح كب أ٤) ، ٥ يد٢ أ	٩٨ ـ ١٠٥
مواد غير قابلة للذوبان	٠,٢ على الأكثر
حديد (ح)	٠,٢ على الأكثر
زرنيخ (ز)	٠,٠٠١٥ على الأكثر
الحمض الحر (محسوباً يد٢ كب أ٤)	٠,٠١ على الأكثر

٥/ ٣ التعبئة
كما هو مبين فى بند (٣/٣) ٠

٥/ ٤ أخذ العينة
كما هو مبين فى بند (٣/٤) ٠

٦- طرق الاختبار

يراعى فى إجراء الاختبارات الكيميائية التالية وكذلك فى تحضير الكواشف ما يلى :
- أن يكون الماء المستخدم مقطراً ٠
- أن تكون جميع المواد المستخدمة من صنف " كاشف تحليلى "
- أن يستخدم الماء المقطر كمذيب ، مالم ينص على غير ذلك ٠

٦/ ١ تجهيز العينة
تجهز العينة للاختبار بسحقها بسرعة سحقاً تاماً ، وتخلط جيداً فى زجاجة محكمة الغلق ٠

٦/ ٢ تحضير كبريتات النحاس CuSO4 . 5H2O ٠

٦/ ٢/ ١ الكواشف :

٦/ ٢/ ١/ ١ كربونات الصوديوم ، مسحوق ٠

٦/ ٢/ ١/ ٢ حمض الخليك الثلجى ٠

٦/ ٢/ ١/ ٣ يوديد البوتاسيوم ، بلورات ٠

٦/ ٢/ ١/ ٤ محلول النشا : يؤخذ ٣جم من نشا البطاطس ، ويعمل منها عجينه مع الماء البارد تصب العجينة فى ١ لتر من ماء مغلى ، ثم يضاف ١مل من محلول حمض ساليسيليك (١٪)٠

٦/ ٢/ ١/ ٥ محلول ثيوكبريتات الصوديوم القياسى حوالى ٠,١ ع٠

٦/ ٢/ ٢ طريقة العمل :

يوزن بدقة حوالى ٢٠ جم من العينة المجهزة (بند ١/٦) ويذاب فى الماء ٠ يكمل المحلول بالضبط إلى ١ لتر ٠ يؤخذ بواسطة الماصة ٥٠ مل من المحلول وتوضع فى قنينة مخروطية سعة ٢٥٠مل ويضاف ٤مل من حمض الخليك الثلجى ٠ يضاف قليل من كربونات الصوديوم ويرج ، ثم يضاف حوالى ٣جم من يوديد البوتاسيوم ويرج لتذوب ٠

تجرى المعايرة فوراً مع محلول ثيوكبريتات الصوديوم القياسى ٠ وعندما يصبح المحلول أصفر باهتاً يضاف ٣ مل من محلول النشا ويستمر فى المعايرة حتى يتغير اللون الأزرق إلى أبيض مصفر ٠

٦/ ٢/ ٣ الحساب

النسبة المئوية لكبريتات النحاس (نح كب أ$_٤$ ، ٥ يد $_٢$أ) = $\frac{\text{ب}}{\text{أ}}$ × ٢,٤٩٧

حيث :

أ = وزن العينة المأخوذة بالجرام ٠

ب = حجم محلول ثيوكبريتات الصوديوم القياسى ٠,١ع اللازم للمعايرة بالملليلتر

٦/ ٣ تقدير النحاس (Cu) كهربياً

٦/ ٣/ ١ الكواشف

٦/ ٣/ ١/ ١ حمض كبريتيك (وزنه النوعى ١,٨٤) ٠

٦/ ٣/ ١/ ٢ محلول نترات الأمونيوم : يؤخذ ٣٠٠ مل من حمض النتريك (وزنه النوعى ١,٤٢) وتضاف إلى ٢٥٠ مل من الماء ، وتضاف نقطتان من دليـل الميثيل البرتقالى (٠,١٪) ، ثم تضاف بحرص مع التقليب المستمر محلول النشادر (وزنه النوعى ٠,٨٨) حتى يصير المحلول قلوياً بالضبط ثم يضاف حمض النيتريك (وزنه النوعى ١,٤٢) حتى يصير المحلول حمضياً بالضبط ثم يترك الناتج ليبرد ويكمل بالماء إلى ١ لتر ٠

٦/ ٣/ ١/ ٣ كحول

٦/ ٣/ ١/ ٤ حمض نيتريك (وزنه النوعى ١,٢) ٠

٦/ ٣/ ٢ طريقة العمل

يوزن بدقة وبأسرع وقت ممكن حوالى ٥ جم من العينة المجهزة (بند ١/٦) فى كأس طويل سعة ٢٠٠ مل ويذاب فى ١٠٠ مل من الماء وثلاث نقط من حمض الكبريتيك (وزنه النوعى ١,٨٤) ٠ يضاف ١٠ مل من محلول نترات الأمونيوم ، ويخفف بالماء إلى حوالى ١٥٠ مل لإجراء عملية الترسيب الكهربى للنحاس تجرى عملية الترسيب الكهربى باستخدام تيار من ٢,٥ إلى ٣ أمبير وقطب سالب (مهبط) شبكى من

البلاتين دوار معلوم الوزن ، حتى يصير المحلول عديم اللون ، مع تغطية الكأس بزوج من زجاج ساعة مشقوق ٠ يغسل زجاج الساعة وجوانب الكأس ويستمر فى التحليل الكهربى لمدة ١٠ دقائق أخرى ٠ وعندما يتم الترسيب الكهربى (أنظر ملحوظة ١) يخفض الكأس وبدون قطع التيار يغسل المهبط بالماء بعناية ، يحتفظ بالمحلول المتبقى لتقدير النيكل يقطع التيار وينزع المهبط ويغسل بالماء ثم يغسل مرتين بالكحول ويجفف عند 105°س ويترك ليبرد ثم يوزن (أنظر ملحوظة ٢) ٠

٦/ ٣/ ٣ الحساب

النسبة المئوية للنحاس (Cu) = $\frac{ب}{أ}$ × ١٠٠

حيث :

أ = وزن العينة المأخوذة بالجرام ٠

ب = الزيادة فى وزن المهبط بالجرام ٠

( )

يمكن التأكد من تمام ترسيب النحاس بخلط نقطة من المحلول مع نقطة من محلول كبريتيد صوديوم ١٠٪ على بلاطة بيضاء ، فإذا تكون راسب بنى أسود من كبريتد النحاس ، دل ذلك على عدم تمام الترسيب ٠

( )

يمكن إزالة النحاس المرسب بتغطيس المهبط فى حمض نتريك (وزنه النوعى ١,٢)

٦/ ٤ تقدير النيكل (زنك)

٦/ ٤/ ١ الكواشف

٦/ ٤/ ١/ ١ حمض طرطريك ٠

٦/ ٤/ ١/ ٢ هيدروكسيد أمونيوم ، وزنه النوعى ٠,٨٨٠

٦/ ٤/ ١/ ٣ محلول كلوريد أمونيوم ١٠٪

٦/ ٤/ ١/ ٤ ثانى ميثيل جليوكسيم ، محلول كحول ١٪ ٠

٦/ ٤/ ٢ طريقة العمل

يؤخذ المحلول الناتج بعد إزالة النحاس كهربياً (بند ٦/٣) ويوضع فى كأس مخروطى سعة ٤٠٠ مل ويضاف حوالى ٢جم من حمض الطرطريك لمنع رسوب الحديد ٠ يضاف ١٠ مل من محلول كلوريد الأمونيوم (١٠٪) يضاف هيدروكسيد الأمونيوم (وزنه النوعى ٠,٨٨٠) حتى يصير المحلول قلوياً بالضبط ، ويسخن إلى حوالى 80°س ، يضاف ٢٥ مل من محلول ثانى ميثيل جليوكسيم الكحولى (١٪) مع التقليب ٠ يترك ليستقر فوق لوح دافئ لمدة ساعة تقريباً ، يرشح خلال بوتقة ترشيح من الزجاج الملبد (رقم ٤) معلومة الوزن ويغسل بالماء الدافئ ٠ يجفف عند (١٠٥° – ١١٠°)س لمدة ساعتين ٠ يبرد فى مجفف ثم يوزن ٠

٦/ ٤/ ٣ لحساب النسبة المئوية للنيكل = $\frac{ب}{أ}$ × ٢٠,٣٢

حيث :
أ = وزن العينة المأخوذة بالجرام
ب = وزن الراسب بالجرام ٠

٦/ ٥ تقدير المواد غير القابلة للذوبان

٦/ ٥/ ١ طريقة العمل

يوزن بدقة حوالى ١٠٠جم من العينة المجهزة وتوضع فى كأس سعة ٤٠٠مل٠يضاف ٢٥٠مل من الماء ، يسخن حتى 80°م تقريباً مع التقليب حتى يتم الذوبان ، يرشح المحلول وهو ساخن خلال بوتقة ترشيح من الزجاج الملبد ومعلومة الوزن (رقم ٤) ٠ يغسل المتبقى ٣مرات بالماء الساخن ، تجفف حتى يثبت الوزن عند (١٠٥- ١١٠°(س .
يحتفظ بالراشح لتقدير الكلوريد بند (٦/٦) .

٦/ ٥/ ٢ الحساب

النسبة المئوية للمواد غير القابلة للذوبان = $\frac{ب}{أ}$ × ١٠٠
حيث :
أ = وزن العينة المأخوذة بالجرام
ب = وزن المواد غير القابلة للذوبان بالجرام

٦/ ٦ تقدير الكلوريد (Cl)

٦/ ٦/ ١ الكواشف

٦/ ٦/ ١/ **١** حمض نتريك ، وزنه النوعى ١,٤٢ ٠

٦/ ٦/ ١/ **٢** حمض نتريك ، ١٪

٦/ ٦/ ١/ **٣** نترات فضة ، ٢٪

٦/ ٦/ ١/ **٤** نترات فضة ، ٠,١ع

٦/ ٦/ ٢ طريقة العمل

يؤخذ الراشح المحتفظ به بعد تقدير المواد غير القابلة للذوبان (بند ٥/٦) ويضاف إليه وهو بارد ٥ مل من حمض النتريك (وزنه النوعى ١,٤٢) ثم يضاف ببطء محلول نترات الفضة (٢٪) مع التقليب حتى يتم الترسيب ٠
يغطى بزجاجة ساعه ويسخن حتى يرسب كلوريد الفضة العضوى على هيئة راسب متجبن ، يضاف بضع نقط من محلول نترات الفضة (٠,١ ع) إلى السائل الطافى ، ويترك ليستقر مدة ساعة ، يرشح خلال بوتقة

ترشيح زجاجية مناسبة ، يغسل جيداً بحمض النتريك (١٪) ، ويجفف فى فرن تجفيف عند (١٠٥ – ١١٠ °س ينقل إلى مجفف حتى يبرد ، ثم يوزن ، يوضع ثانية فى الفرن ويجفف حتى يثبت الوزن ،ثم يوزن ثانية ٠

٦/ ٦/ ٣ الحساب

$$\text{النسبة المئوية للكلوريد (كل)} = \frac{\text{ب}}{\text{أ}} \times ٢٤,٧٤$$

حيث :

أ = وزن العينة المأخوذة بالجرام

ب = وزن كلوريد الفضة بالجرام

٦/ ٧ تقدير الرصاص (Pb)

٦/ ٧/ ١ الكواشف

٦/ ٧/ ١/ ١ حمض الرصاص : يخلط ٣٠٠ مل من حمض الكبريتيك (وزنه النوعى ١,٨٤) مع ١٨٠٠مل من الماء ٠ يذاب ١جم من خلات الرصاص فى ٣٠٠ مل من الماء ويضاف إلى المحلول الساخن مع التقليب ٠ يترك ليستقر عدة أيام ثم يرشح خلال ورقة ترشيح (واتمان رقم ٤٢) أو ما يكافئها ٠

٦/ ٧/ ١/ ٢ كحول ٥٠٪

٦/ ٧/ ٢ طريقة العمل

يوزن بدقة حوالى ١٠جم من العينة المجهزة (بند ١/٦) ويذاب فى حوالى ١٠٠مل من الماء ٠ يرشح ويغسل جيداً بالماء ٠ يضاف إلى الراشح ١٠٠مل من حمض الرصاص مع التقليب ، يبخر فوق حمام مائى حتى ظهور أدخنة ثالث أكسيد الكبريت ، يخفف بالماء إلى نفس الحجم المضاف من حمض الرصاص (أى إلى ١٠٠مل) ويسخن حتى يتم ذوبان الأملاح القابلة للذوبان ثم يترك ليستقر الراسب على اليوم التالى ، يرشح الراسب (كبريتات الرصاص) خلال بوتقة ترشيح من الزجاج الملبد (رقم ٤) معلومة الوزن ويغسل الراسب جيداً بحمض الرصاص ٠ يبعد الراشح ثم يغسل الراسب بالكحول ٥٠٪ يجفف فى فرن تجفيف 110° س حتى ثبات الوزن ٠ يوضع فى مجفف ليبرد ثم يوزن ٠

٦/ ٧/ ٣ الحساب :

$$\text{النسبة المئوية للرصاص (ر)} = \frac{\text{ب}}{\text{أ}} \times ٦٨,٣٢$$

حيث :

أ = وزن العينة المأخوذة بالجرام

ب = وزن كبريتات الرصاص الجرام ٠

:

يحتفظ بالراشح لتقدير " الحديد والزنك والقلويات والمعادن الأخرى " ٠

٦/ ٨ تحضير المحلول الأساسي لتقدير الحديد والزنك والقلويات والمعادن الأخرى ٠

٦/ ٨/ ١ الكواشف

٦/ ٨/ ١/ ١ حمض نيتريك ، وزنه النوعى ١,٤٢

٦/ ٨/ ١/ ٢ ماء البروم

٦/ ٨/ ٢ طريقة العمل

يؤخذ الراشح المحتفظ بـه لتقدير الحديد والزنك والقلويات والمعادن الأخـرى (بند ٦/٨) ، ويضاف إليه حمض النتريك (وزنه النوعى ١,٤٢) ، (٢ –٥ مل من الحمض لكل ١٠٠مل من الراشح) ويجرى ترسيب النحاس كهربياً ، يبخر المحلول بعد ذلك فوق حمام مائى حتى ظهور أدخنة ثالث أكسيد الكبريت ، يبرد ثم يخفف بالماء بحيث تصير درجة تركيز حمض الكبريتيك فى المحلول الناتج ٢٪ ، يمرر تيار من غاز كبريتيد الهيدروجين لمدة كافية ويرشح الناتج إذا لزم الأمر ، يسخن المحلول للغليان حتى يتم طرد غاز كبريتيد الهيدروجين ، يضاف إلى المحلول الساخن كمية كافية من ماء البروم ويغلى المحلول حتى يتم طرد البروم ، يبرد المحلول ويوضع فى قنينة قياس سعة ٥٠٠مل ويخفف بالماء إلى العلامة ويخلط جيداً ٠
ويكون هذا المحلول الناتج هو " المحلول الأساسي لتقدير الحديد والزنك والقلويات والمعادن الأخرى " ٠

٦/ ٩ تقدير الحديد (ح)

٦/ ٩/ ١ الكواشف :

٦/ ٩/ ١/ ١ كلوريد أمونيوم صلب ٠

٦/ ٩/ ١/ ٢ محلول هيدروكسيد أمونيوم مخفف ١:١

٦/ ٩/ ١/ ٣ دليل الميثيل الأحمر : يذاب ٠,١ جم من الميثيل الأحمر فى ٦٠ مل من الكحول الصرف ويخفف بالماء على ١٠٠مل ٠

٦/ ٩/ ١/ ٤ محلول كلوريد أمونيوم نشادرى : يضاف إلى محلول كلوريد أمونيوم ١٪ بضع قطرات من محلول هيدروكسيد أمونيوم مخفف (١:١) ٠

٦/ ٩/ ١/ ٥ حمض هيدروكلوريك مخفف ١ :١

٦/ ٩/ ١/ ٦ محلول ثيوسيانات أمونيوم ٢٥٪ ٠

٦/ ٩/ ١/ ٧ محلول الحديد القياسى : (١ مل منه ≡ ٠,١ ملليجرام (ح)) يذاب ٠,٨٦٣٥ جم من كبريتات الحديديك والأمونيوم ح ن يد$_٤$ (كب أ$_٤$)$_٢$ ، ١٢ يد$_٢$أ فى ٢٠مل من حمض الكبريتيك (٦٪ بالحجم) ثم يكمل المحلول بالماء إلى ١ لتر ٠

٦/ ٩/ ٢ طريقة العمل :

يؤخذ ١٠٠مل من " المحلول الأساسى لتقدير الحديد والزنك والقلويات والمعادن الأخرى (بند ٦/٨) أى حوالى ٢ جم من العينة ويضاف ١ – ٢جم من كلوريد الأمونيوم الصلب ثم يضاف محلول هيدروكسيد

الأمونيوم المخفف (١:١) مع التقليب حتى يتم ظهور الراسب ويستمر فى الإضافة حتى يصير المحلول قلوياً بالضبط بالنسبة إلى دليل الميثيل الأحمر ، يغلى المحلول القلوى لمدة دقيقتين ثم يترك لمدة ٥ دقائق حتى يستقر الراسب ٠ يرشح خلال ورقة ترشيح (واتمان رقم ٤١) أو مايكافئها وينقل الراسب إلى ورقة الترشيح كمياً ، يغسل عدة مرات بمحلول كلوريد الأمونيوم النشادرى ٠ يذاب الراسب خلال ورقة الترشيح بمقدار ٨ مل من حمض الهيدروكلوريك المخفف (١:١) مستقبلاً الراشح فى قنينة قياس ١٠٠مل ، تغسل ورقة الترشيح جيداً بالماء الساخن مستقبلاً ناتج الغسل فى القنينة ٠ يبرد المحلول إلى ˚20س ويخفف إلى ١٠٠مل ويخلط ٠

تنقل كمية مناسبة إلى أنبوبة " نسلر " سعة ٥٠مل ، يضاف حمض الهيدروكلوريك المخفف (١:١) بحيث يصبح الحجم الكلى لحمض الهيدروكلوريك المخفف (١:١) ٤ مل ٠ يخفف بالماء إلى ٤٥ مل من محلول ثيوسيانات الأمونيوم ويخلط ٠

يقارن أى لون أحمر ناتج من الألوان المتكونة من مجموعة محاليل ضابطه مضاف إليها كميات من محلول الحديد القياسى يتدرج تركيز الحديد فيها فى حدود نسبة الحديد المنتظرة فى العينة وذلك باستخدام أنابيب " نسلر " مماثلة ، كما يمكن استخدام أى جهاز كهرضوئى مناسب لقياس الأمتصاص الضوئى بالاستعانة بالخط البيانى المعد لذلك ٠

٦/ ١٠ تقدير الزنك Zn

٦/ ١٠/ ١ الكواشف

٦/ ١٠/ ١/ ١ عباد الشمس

٦/ ١٠/ ١/ ٢ هيدروكسيد الأمونيوم ، وزنه النوعى ٠,٩٠

٦/ ١٠/ ١/ ٣ محلول حمض الستريك (٢٠٠جم فى اللتر)٠

٦/ ١٠/ ١/ ٤ خليط حمض الفورميك : يخفف ٢٠٠مل من حمض الفورميك (وزنه النوعى ١,٢٠) بالماء إلى ٩٧٠ مل ويضاف ٣٠ مل من هيدروكسيد الأمونيوم (وزنه النوعى ٠,٩٠)٠

٦/ ١٠/ ١/ ٥ محلول خليط حمض الفورميك للغسل : يخفف ٢٥ مل من خليط حمض الفورميك بالماء إلى ١ لتر ويشبع بغاز كبريتيد الهيدروجين ٠

٦/ ١٠/ ١/ ٦ معلق الطلق : يحضر معلق من ٥٠ جم من الطلق فى ١ لتر من الماء ٠

٦/ ١٠/ ١/ ٧ غاز كبريتيد الهيدروجين ٠

٦/ ١٠/ ١/ ٨ حمض هيدروكلوريك ١ :٩

٦/ ١٠/ ١/ ٩ محلول حديد وسيانيد البوتاسيوم ٦جم بو٤ أح (كن)٦ فى اللتر : يذاب ٦,٨جم من $K_4 OFe(CN)_6 . 3H_2O$ فى الماء ويخفف إلى ١ لتر ٠

٦/ ١٠/ ١/ ١٠ محلول الزنك القياسى : ١مل – ٠,٠١ ملليجرام (خ) : يذاب ٤,٠٠٠ جم من الزنك النقى فى ٢٠٠ مل من حمض الهيدروكلوريك (١ : ٤) ٠ يبرد ويخفف بالماء إلى لتر فى قنينة قياس ٠

٦/ ١٠/ ٢ طريقة العمل :

يؤخذ ٢٠٠مل من المحلول الأساسى لتقدير الحديد والزنك والقلويات والمعادن الأخرى أى حوالى ٤جم من العينة (بند ٨/٦) ويعادل المحلول بالنسبة إلى عباد الشمس بهيدروكسيد الأمونيوم (وزنه النوعى ٠,٩٠) ويضاف ٢مل زيادة يضاف محلول حمض الستريك حتى يصير الناتج حمضياً بالضبط بالنسبة إلى عباد الشمس ويضاف ٢٥مل من خليط حمض الفورميك ٠ يخفف إلى حوالى ٢٠٠مل ويضاف ١مل معلق الطلق ويسخن إلى (٩٠- ١٠٠)°س ، ويمرر تيار سريع من غاز كبريتيد الهيدروجين لمدة ٣٠ دقيقة بينما يبرد المحلول ويترك ليستقر لمدة ساعة ويرشح خلال ورقة ترشيح ضيقة المسام (قطرها ٩ سم) ويغسل جيداً بمحلول خليط حمض الفورميك للغسل ٠

يذاب كبريتيد الزنك خلال ورقة الترشيح بمقدار ٣٠مل من حمض الهيدروكلوريك (١ : ٩) مستقبلا الراشح فى قنينة قياس سعة ١٠٠مل ، تغسل ورقة الترشيح جيداً بالماء الساخن مستقبلاً ناتج الغسل فى القنينة ، يبرد المحلول إلى 20°س ويخفف إلى ١٠٠مل ويخلط تنقل كمية مناسبة تحتوى على مالا يزيد على ٠,١ ملليجرام من الزنك إلى أنبوبة " نسلر " سعة ٥٠ مل ٠ يضاف حمض الهيدروكلوريك (١ : ٩) بحيث يصبح الحجم الكلى لحمض الهيدروكلوريك (١ : ٩) ١٥مل يخفف بالماء إلى ٤٥مل ويضاف ٥مل من محلول حديد وسيانيد البوتاسيوم ٠ يخلط ثم يترك لمدة ١٠ دقائق ٠

تقارن أية عكاره ناتجة من العكارة المتكونة من مجموعة محاليل ضابطة مضاف إليها كميات من محلول الزنك القياسى يندرج تركيز الزنك فيها فى حدود نسبة الزنك المنتظرة فى العينة ، وذلك باستخدام أنابيب " نسلر " مماثلة كما يمكن استخدام أية جهاز مناسب لتقدير العكارة ٠

٦/ ١١ تقدير القلويات والمعادن الأخرى :

٦/ ١١/ ١ طريقة العمل

يؤخذ ٢٠٠مل من " محلول الأساسى لتقدير الحديد والزنك والقلويات والمعادن الأخرى " أى حوالى ٤جم من العينة (بند٨/٦) ويوضع فى طبق من الصينى معلوم الوزن ، ويبخر حتى الجفاف ثم يحرق بلطف ، يوضع فى مجفف ليبرد ثم يوزن ٠

٦/ ١١/ ٢ الحساب :

$$\text{النسبة المئوية للقلويات والمعادن الأخرى} = \frac{\text{ب}}{\text{أ}} \times ١٠٠$$

حيث :

أ = وزن العينة المأخوذة (الموجود فى ٢٠٠مل من المحلول الأساسى) بالجرام ٠

ب = وزن المتبقى ، بالجرام ٠

٦/ ١٢ تقدير الزرنيخ (As)

٦/ ١٢/ ١ الكواشف

٦/ ١٢/ ١/ ١ حمض هيدروكلوريك ، وزنه النوعى ١,١٦ – ١,١٨

٦/ ١٢/ ١/ ٢ محلول كلوريد القصديروز : يخفف ٦٠ مل من حمض الهيدروكلوريك بمقدار ٣٠مل من من الماء ٠ يضاف ٢٠جم من القصدير ، ويسخن بلطف حتى يتوقف تصاعد الغاز ٠ ثم يخفف إلى ١٠٠مل مع ترك القصدير غير الذائب فىالمحلول ، يضاف حجم مساو من حمض الهيدروكلوريك ، يغلى المحلول حتى يصير حجمه ١٠٠مل ويرشح خلال ورقة ترشيح مناسبة ٠

٦/ ١٢/ ١/ ٣ محلول البروم : يذاب ٣٠جم من البروم و٣٠جم من يوديد البوتاسيوم فى الماء ، يخلط جيداً ويخفف إلى ١٠٠مل ٠

٦/ ١٢/ ١/ ٤ زنك حبيبى :خاص باختبار " جوتزايت "

٦/ ١٢/ ١/ ٥ حمض الهيدروكلوريك المقصدر : يخلط ١جم من محلول القصديروز مع ١٠٠مل من حمض الهيدروكلوريك ٠

٦/ ١٢/ ١/ ٦ محلول الزرنيخ القياسى : ١ مل يعادل ٠,٠٠٠٠١ جم (ز)٠
محلول (١) يذاب ٠,١٢٣جم من أكسيد الزرنيخوز فى ٥٠مل من حمض الهيدروكلوريك ويخفف إلى ١٠٠مل ٠
محلول (٢) يخفف ١مل من المحلول حمض الهيدروكلوريك (بند ٦/١٢/ ١/١) إلى ١٠٠مل ويجب أن يكون هذا المحلول حديث التحضير

٦/ ١٢/ ١/ ٧ ورق كلوريد الزئبقيك : تستخدم ورقة ترشيح بيضاء ناعمة لايقل قطرها عن ٢٥ مل ٠ تشرب بمحلول مشبع من كلوريد الزئبقيك فى الماء ، ثم تضغط لإزالة الفائض من المحلول ، ويجفف عند حوالى 60°س فى الظلام ٠ ويراعى أن تكون ورقة الترشيح من الصنف الذى يتراوح وزن المتر المربع منه بين ٦٥جم و١٢٠ جم ، وأن يكون سمك ٤٠٠ ورقة منه بالملليمتر مساوياً ، فى رقمه لوزن المترالمربع بالجرام ، كما يراعى حفظ ورق كلوريد الزئبقيك فى زجاجة محكمة الغلق فى الظلام ، مع سبب تعريضه لضوء الشمس أو لبخار النشادر ٠

٦/ ١٢/ ٢ الأجهزة

٦/ ١٢/ ٢/ ١ جهاز تقطير
يتكون من قنينة تقطير سعة ١٠٠مل ومكثف وقابلة ويجهز بوصلات زجاجية ٠

٦/ ١٢/ ٢/ ٢ جهاز " جوتزايت "
يتكون أساساً من :
قارورة سعتها حوالى ١٢٠مل ذات فوهه واسعة بها سدادة مثقوبة من المطاط ٠

أنبوبة زجاجية تخترق سداده القارورة ، طولها ٢٠٠مم ، وقطرها الداخلى ٦,٥مم ، قطرها الخارجى ٨مم ، وحافتها السفلى مسحوبة إلى فتحة قطرها حوالى ١مم ، ويقرب الجزء المسحوب ثقب جانبى قطره لايقل عن ٢مم ٠

سدادتين من المطاط (٢٥مم×٢٥مم) ، كل منهما ذات ثقب عمودى قطره ٦,٥مم ويمكن الاستعاضة عن هاتين السدادتين باستخدام أية وسيلة أخرى تفى بالشروط المبينة فى طريقة العمل ٠ ويراعى عند إدخال الأنبوبة الزجاجية فى سداده القارورة أنه إذا كان بالقارورة ٧٠مل من سائل ما أن تكون نهاية الجزء المسحوب من الأنبوبة فوق سطح هذا السائل ، وأن يكون الثقب الجانبى تحت أسفل السدادة ٠

ولإعداد الجهاز لإجراء الاختبار ، تحسى الأنبوبة الزجاجية حشواً خفيفاً بدنف القطن السابق ترطيبه بمحلول خلات الرصاص (١٠٪) محضر باستخدام ماء حديث الغلى ، وتجفيفه بعد ذلك ، بحيث تكون المسافة بين السطح العلوى دنف القطن وقمة الأنبوبة ٢٥مم على الأقل ، ثم يدخل طرف الأنبوبة العلوى فى الطرف الضيق لإحدى سدادتى الزئبقيك حتى يصير بمحاذاة طرفها الواسع ، ثم توضع قطعة مسطحة من ورقة كلوريد الزئبقيك فوق قمة السدادة ، ثم تثبت السدادة الثانية فوقها جيداً بواسطة الرباط المطاط أو الماسك ، بحيث تلتقى فتحتا السدادتين لتكونا أنبوبة قطرها ٦,٥مم تعترضها ورقة كلوريد الزئبقيك ٠

ويمكن الاستعاضة عن وضع ورقة كلوريد الزئبقيك على هذا النحو بأى طريقة أخرى على أن :

يمرر الغاز المتصاعد جميعه خلال الورقة ٠

يكون سطح الورقة المتصلة بالغاز على هيئة دائرة قطرها ٦,٥مم ٠

تكون الورقة بعيدة عن ضوء الشمس أثناء الأختبار ٠

٦/ ١٢/ ٣ طريقة العمل :

يوزن بدقة حوالى ١,٢٥جم من العينة المجهزة ، وتوضع فى قنينة التقطير لجهاز التقطير ٠ يضاف ١٠مل من الماء و١٥مل من حمض الهيدروكلوريك ، ثم يضاف محلول القصديروز بكمية تكفى لإزالة لون المحلول ، وتوصل القنينة بالمكثف ٠ يقطر ٢٠مل ٠

يضاف إلى القطارة بضع نقط من محلول البروم ، وذلك لأكسدة أى أثر من حمض الكبريتوز يزال البروم الزائد بإضافة بضع نقط من محلول كلوريد القصديروز ٠

ينقل الناتج كمياً إلى قارورة جهاز " جوتزايت " باستخدام ٤٠مل من الماء ويضاف ٤جم من الزنك الحبيبى ويترك ليتصاعد الغاز مدة ساعتين ، ويمر الغاز أثناء هذه المدة خلال ورقة كلوريد الزئبقيك ٠

تقارن البقعة مع البقع القياسية المتكونة من كميات معلومة من الزرنيخ (بند ١٢/٦) – محلول (٢) .

٦/ ١٣ تقدير الحمض المطلق (محسوباً يد٢ كب ٤أ)

٦/ ١٣/ ١ الكواشف

٦/ ١٣/ ١/ ١ دليل الميثيل البرتقالى : يذاب ٠,١جم من الميثيل البرتقالى فى١٠٠مل من الماء ٠

٦/ ١٣/ ١/ ٢ محلول هيدروكسيد صوديوم ٠,٠٢ع ٠

٦/ ١٣/ ٢ طريقة العمل

يوزن بدقة حوالى ٤جم من العينة المجهزة وتذاب فى ١٠٠مل من الماء ، يضاف ٤نقط من دليل الميثيل البرتقالى الذى يعطى لوناً أرجوانياً ٠ وتجرى المعايرة بمحلول هيدروكسيد الصوديوم ٠,٠٢ع ٠ ١مل ص أ يد ٠,٠٢ع ≡ ٠,٠٠٠٩٨ جم يد$_٢$ كب أ$_٤$

٧- المصطلحات الفنية

كبريتات النحاس .... copper sulphate

حمض الكبريتيك .... sulphuric acid

٨- المراجع

الفارماكوبيا البريطانية

British pharmcopea 1985.

الجهات التى اشتركت فى وضع هذه المواصفة

قام بإعداد هذه المواصفة اللجنة الفنية رقم (٢ / ٧) والخاصة بالكيماويات المتنوعة والتى يضم تشكيلها الجهات التالية :

المركز القومى للبحوث

مصلحة الكيمياء

مصلحة الرقابة الصناعية

الهيئة العامة للرقابة على الصادرات والواردات

شركة إسكندرية للكيماويات

الهيئة المصرية العامة للمواصفات والجودة .

الملحق (أ)

تحديد/ توضيح سبب الحيود الوطنى لمواصفة كبريتات النحاس

م	رقم البند بالمرجع	نص البند بالمرجع	نص البند بالمواصفة المصرية	نص البند بالمواصفة المصرية م.ق.م ٢٠٠٥/٧	سبب الحيود
			تشمل المواصفة أربع أصناف	تشمل المواصفة ٣ أصناف	تم حذف بند إستخدام كبريتات النحاس لمعالجة مياه الشرب وذلك لوجود مواد أخرى بديلة فى مجال معالجة مياه الشرب وصدر لها مواصفات قياسية منفصلة

﴿الهيئة المصرية العامة للمواصفات و الجودة﴾

١- أنشئت الهيئة المصرية العامة للتوحيد القياسى عام ١٩٥٧ بالقرار الجمهورى رقم ٢٩ لسنة ١٩٥٧ الذى نص على اعتبارها المرجع القومى المعتمد للشئون التوحيد القياسى ونص القانون رقم ٢ لسنة ١٩٥٧ على أن المواصفة لا تعتبر قياسية إلا بعد اعتمادها من الهيئة.

٢- فى عام ١٩٧٩ صدر القرار الجمهورى رقم ٣٩٢ لسنة ١٩٧٩ الذى قرر ضم مركز ضبط الجودة إلى الهيئة.

٣- فى عام ٢٠٠٥ صدر القرار الجمهورى رقم ٨٣ لسنة ٢٠٠٥ بإعادة تسمية الهيئة لتصبح الهيئة المصرية العامة للمواصفات والجودة ، وبناء عليه فإن الهيئة تختص بما يلى :

- إعداد وإصدار المواصفات القياسية للخامات والمنتجات والخامات والأجهزة ونظم الإدارة والتوثيق والمعلومات ومتطلبات الأمن والسلامة وفترات الصلاحية وأجهزة القياس.
- التفتيش الفنى والاختبار والرقابة وسحب العينات وإصدار شهادات المطابقة للمواصفات المعتمدة وشهادات المعايرة لأجهزة القياس.
- الترخيص بمنح علامة الجودة للمنتجات الصناعية وعلامات وشهادات الجودة والمطابقة المنتجات للمواصفات القياسية.
- تقديم المشورة الفنية وخدمات التدريب فى مجالات المواصفات والجودة القياس والمعايرة والاختبار والمعلومات لجميع الأطراف المعنية.
- تمثيل مصر فى أنشطة المنظمات الدولية والإقليمية العامة فى مجالات المواصفات والجودة والاختبار والمعايرة.

تقوم الهيئة بتنفيذ متطلبات واشتراطات اتفاقية العوائق الفنية على التجارة لمنظمة التجارة العالمية حيث أن الهيئة هى نقطة الاستعلام المصرية للإمداد بالمعلومات والوثائق فى مجال المواصفات وتقييم المطابقة.

٤- يدير الهيئة مجلس إدارة برئاسة وكيل أول الوزارة رئيس الهيئة، ويضم المجلس فى عضوية ممثلين عن مختلف الجهات المعنية للتوحيد القياسى وجودة الإنتاج والاختبار والمعايرة فى مصر بالإضافة إلى عدد من الأكاديميين والعلميين والخبراء والقانونيين ورجال الإعلام.

٥- يتم إعداد المواصفات القياسية من خلال لجان فنية يربو عددها على مائة لجنة يشارك فيها خبراء طبقاً للمعايير الدولية ومتخصصون من جميع الجهات المعنية ويقوم بالأمانة الفنية لها أعضاء من العاملين بالهيئة.

٦- يتم توزيع مشاريع المواصفات على قاعدة عريضة من الجهات المعنية والبلاد العربية لإبداء الملاحظات خلال فترة ستين يوماً كما تعرض هذه المشاريع على لجنة الصياغة ولجان عامة للمراجعة قبل العرض على مجلس الإدارة.

٧- تتبع الهيئة نظام الترخيص للمصانع باستخدام علامات الجودة على السلع والمنتجات المطابقة للمواصفات المصرية وذلك حماية المستهلكين وخدمة للصانعين لرفع جودة منتجاتهم. ويوجد بالهيئة مجموعة كبيرة من المعامل الحديثة لاختبار المنتجات الكيمائية ومواد البناء والتشييد والمنتجات الهندسية والغذائية ومنتجات الغزل والنسيج بالإضافة إلى معامل للقياس والمعايرة الميكانيكية والكهربائية والفيزيائية.

٨- يتوفر بالهيئة وحدة لحماية المستهلك لتتلقى شكواهم وتعمل على حلها وقد لاقت أعمال الوحدة نجاحاً كبيراً.

٩- يتوفر بالهيئة المكتبة الوحيدة فى مصر المتخصصة فى المواصفات القياسية تحتوى على أكثر من ١٣٠ ألف مواصفة دولية وأجنبية وإقليمية وعربية ومصرية.

EGYPTIAN STANDARDS

ES

ES: 7/ 2005

COPPER SULPHATE
TYPES 1,2,3

ICS :71.060

Arab Republic of Egypt
Egyptian Organization for Standardization and Quality